

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-108253

(43)Date of publication of application : 13.05.1988

(51)Int.Cl.

G01N 23/225

(21)Application number : 61-253801

(71)Applicant : HITACHI LTD

(22)Date of filing : 27.10.1986

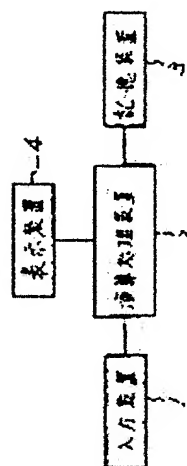
(72)Inventor : OTAKA KENJI  
KAWAI KUMIKO  
INOUE KO

## (54) MATERIAL IDENTIFYING DEVICE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To permit easy estimation of a candidate material contained in an unknown material by quantitatively evaluating the degree of coincidence of the characteristic X-ray spectrum of a known material with the characteristic X-ray spectrum of the unknown material.

**CONSTITUTION:** An input device 1 inputs the spectral data of the unknown material to an arithmetic processor 2 in the case of analyzing the characteristic X-ray generated from micro-foreign matter and identifying the material constituting said foreign matter at the time of observation by a scanning type electron microscope. The arithmetic processor 2 reads out the spectral data of the known material preliminarily stored in a memory device 3, collates the spectral data of the unknown material and the known material in accordance with a predetermined algorithm, calculates the parameter for deciding the degree of coincidence and decides the degree of coincidence. The result of the decision is displayed on a display device 4. The values of the displayed parameters are compared, by which the known material contained in the unknown material is quickly recognized.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-108253

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)5月13日

G 01 N 23/225

2122-2G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 物質同定装置

⑯ 特 願 昭61-253801

⑰ 出 願 昭61(1986)10月27日

⑱ 発 明 者 尾 高 憲 二 茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内

⑲ 発 明 者 川 合 久 美 子 茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内

⑳ 発 明 者 井 上 晃 茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内

㉑ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

㉒ 代 理 人 弁理士 小川 勝男 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

物質同定装置

2. 特許請求の範囲

1. 既知物質に電子線を照射して得られる特性X線スペクトルをX線のエネルギーを要すデータとこのエネルギーデータに対応するX線の相対強度を表すデータとの組合わせて表現してなる既知物質のスペクトルデータに索引を付して記憶する記憶装置と、未知物質に電子線を照射して得られた特性X線スペクトルをX線のエネルギーを表すデータとこのエネルギーデータに対応するX線の相対強度を表すデータとX線エネルギーの測定誤差を表すデータとの組合わせて表現してなる未知物質のスペクトルデータを入力する入力装置と、前記未知物質のスペクトルデータと前記既知物質のスペクトルデータとの一致度を判定する演算処理装置と、この判定結果を表示する表示装置とを具備したことを特徴とする物質同定装置。

2. 前記既知物質と前記未知物質の各スペクトルデータはX線のエネルギーの小さい順あるいは大きい順に並べたことを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の物質同定装置。

3. 前記演算処理装置は未知物質のスペクトルデータに対して既知物質のスペクトルデータの一致度の高いものから順番に一定数の既知物質名を記憶するように形成されたことを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の物質同定装置。

4. 前記入力装置はX線分析装置から出力される特性X線スペクトルを取込み演算処理装置に入力することを可能に形成され、前記演算処理装置は入力される特性X線スペクトルを処理してX線のエネルギーを表すデータと、このエネルギーデータに対応するX線の相対強度を表すデータとに変換する機能を有することを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の物質同定装置。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は物質同定装置に係り、特に走査型電子

顕微鏡による観察時に微小異物から発生する特性X線を解析して、その異物を構成する物質を同定するのに好適な物質同定装置に関する。

#### 〔従来技術〕

一般に、走査型電子顕微鏡（SEM）による試料の形状観察に際し、電子線を照射された試料から発生する特性X線を検出・分析するためにX線分析装置が設けられている（特開昭58-196446号公報）。そして、従来、このようなX線分析装置には、試料である未知物質から発生された特性X線のスペクトルをCRT上に表示し、任意の元素の特性X線スペクトルを交換自在に重ね合わせて表示しながら、特性X線スペクトルを処理する機能を有するものがあつた。これによつて未知物質の個々のX線がどの元素に属するかを判断することが可能となる。また、その機能に加えて、X線の相対強度分析データにもとづき、これに各種の補正を加えて元素の構成比率を算定する機能を有するものである。

#### 〔発明が解決しようとする問題点〕

データに対応するX線の相対強度を表わすデータとの組合せで表現してなる既知物質のスペクトルデータに索引を付して記憶する記憶装置と、未知物質に電子線を照射して得られた特性X線スペクトルをX線のエネルギーを表わすデータとこのエネルギーデータに対応するX線の相対強度を表わすデータとX線エネルギーの測定誤差を表わすデータとの組合せで表現してなる未知物質のスペクトルデータを入力する入力装置と、前記未知物質のスペクトルデータと前記既知物質のスペクトルデータとの一致度を判定する演算処理装置と、この判定結果を表示する表示装置とを具備したことを特徴とする。

#### 〔作用〕

入力装置は未知物質のスペクトルデータを演算処理装置に入力する。演算処理装置は記憶装置内にあらかじめ記憶されている既知物質のスペクトルデータを読出し、あらかじめ定められたアルゴリズムに従つて未知物質と既知物質のスペクトルデータを照合し、一致度を判定するためのパラメ

ところが、上述した従来技術は、特性スペクトルを解析して、試料を複数個の元素の集合体として評価するもので、複数の元素の化合物である物質の集合体として解析、評価することについての配慮がなされていない。このため、X線スペクトルから試料異物の構成物質を推定する作業は、人が経験と勘に頼つて行う部分が多く、推定する人によつて結果が異なること、及び元素数が増加すると推定が著しく困難になる等の問題があつた。

本発明の目的は、上記従来技術の問題点を解決すること、言い換えれば、未知物質の特性X線スペクトルにもとづいて、その未知物質を構成する可能性のある物質（候補物質とよぶ）を再現性よく推定でき、未知の物質を構成する元素数が増加しても迅速に候補物質を選定することのできる物質同定装置を提供することにある。

#### 〔問題点を解決するための手段〕

本発明は、上記目的を達成するために、既知物質に電子線を照射して得られる特性X線スペクトルをX線のエネルギーを表わすデータとこのエネル

ギデータを計算するとともに一致度を判定する。そして、その判定結果を表示装置上に表示する。この表示されたパラメータの値を比較することによつて、未知物質に含まれる既知物質を迅速に認識することができる。

#### 〔実施例〕

第1図は、実施例装置の概略構成図である。入力装置1はキーボード、磁気ディスク読取り装置、磁気テープ読取り装置等からなり、未知物質から発生されたX線をX線分析装置により検出分析してなる特性X線スペクトルを表わすスペクトルデータ（文字列）と索引及び検索指示コード等を演算処理装置2に入力するものである。特性X線スペクトルを表わすスペクトルデータ（文字列）は、X線のエネルギーを表わすデータ（数値）と、そのエネルギーデータに対応するX線の相対強度を表わすデータ（数値）と、X線エネルギーの測定誤差を表わすデータ（数値）とからなる3つのデータの組を、1個あるいは複数個組合せたものである。これはX線分析装置で得られる未知物質の特性X

線スペクトル(第2図図示)を、幅が測定誤差 $W$ に等しい矩形のスペクトル(第3図図示)で表現したものに相当する。

一方、記憶装置3に記憶される既知物質の特性X線スペクトルのスペクトルデータは、X線のエネルギーを表わすデータ(数値)と、その相対強度を表わすデータ(数値)との対を、1個あるいは複数個組合わせた文字列で表わす。これは第5図に示すように特性X線スペクトルを線スペクトルとして表現したものに相当する。

既知物質のスペクトルデータには記憶装置3に記憶させるときに索引をつけておく。この索引は物質名、元素名、機械装置名、製品名等を英数字、かな文字等の文字列におきかえたものを用いる。そして、この索引の1個あるいは複数個と索引を含む既知物質を検索するか、または索引を含まない既知物質を検索するかを指示する検索指示コードを入力装置1から入力する。いま、検索指示コードが1の場合に入力索引を含む既知物質を検索照合し、0の場合に入力索引を含まない既知物質

を検索照合するものとする。演算処理装置2では、第7図に示したフローに従つて既知物質を検索照合の対象とするかどうかを判別する。

このようにして、演算処理装置2は、未知物質のスペクトルと、記憶装置3にあらかじめ記憶されている既知物質のスペクトルとの照合を行う。このとき、未知物質の矩形スペクトルの中に、第3図の右端にみられるように互いに重なり合う部分を有するもののあるときは、両者を合わせた幅を有しかつX線の相対強度をいずれか大きい方の値に一致させた一つのスペクトルとして第4図に示したように重複処理して取扱う。次に重複処理の完了した未知物質のスペクトルとの一致度を判定する。第4図の未知物質のスペクトルに第5図の既知物質のスペクトルを重ね合わせたものを第6図に示す。第6図中の○印を付したX線は、既知物質のスペクトル中で未知物質のスペクトルと一致するものを示す。また、\*印を付したX線は一致しないものを示し、残余X線と呼ぶ。既知物質のX線の本数を $m$ とし、その中で未知物質の

スペクトルと一致したX線の本数を $m$ として、X線の一致の割合 $r$ を次式で定義する。

$$r = 100 \times \frac{m}{m_0} \quad \dots (1)$$

また、残余X線の強度を $I_{i,0}^*$ とし、 $I_{i,0}^*$ の最大値を $I_{i,0}^{*0}$ とし、強度の一致性を示すパラメータ $I_{i,x}$ を次式で定義する。

$$I_{i,x} = 100 - I_{i,0}^* \quad \dots (2)$$

未知物質と既知物質の強度の類似性を表わすパラメータ $\sigma$ を次式で定義する。

$$\sigma = \frac{200 \sum_{i=1}^{N_0} I_{i,1} \cdot I_{i,1}}{\sum_{i=1}^{N_0} (I_{i,1})^2 + \sum_{i=1}^{N_0} (I_{i,1})^2} \quad \dots (3)$$

ここで $I_{i,1}$ は既知物質のスペクトル中の $i$ 番目のX線の強度を示す。例えば第6図に示すように、一つの矩形部分に複数本の既知物質のX線が対応するときは、それらの中の強度が最大のものをとり、その強度を $I_{i,1}$ とする。このようにして得られる $I_{i,1}$ の総数を $N_0$ とする。第6図の例にお

いては $N_0 = 7$ である。また、 $I_{i,1}$ は既知物質のX線と一致する矩形部分のX線強度を示す。残余回折線には、見かけ上 $I_{i,1} = 0$ のピークが存在して $I_{i,1}$ に対応しているものとする。X線の一致度、強度の類似度を含めた全体の類似度を表わすパラメータ $H$ を次式で定義する。

$$H = r \cdot I_{i,x} / 1000 \quad \dots (4)$$

未知物質のスペクトルと、既知物質のスペクトルが完全に一致する場合は、上記パラメータは $r = 100$ 、 $\sigma = 100$ 、 $I_{i,x} = 100$ 、 $H = 1000$ となる。

演算処理装置2は上記のパラメータ $r$ 、 $\sigma$ 、 $I_{i,x}$ 及び $H$ の値を計算する。そして既知物質名とともにこれらのパラメータの値を、表示装置上に表示させることにより、既知物質と未知物質との類似度を判定することができる。 $I_{i,0}^{*0}$ 、 $m$ 、 $r$ 、 $I_{i,x}$ 、 $\sigma$ 、 $H$ に、それぞれしきい値 $I_{i,0}^{*0}$ 、 $m_0$ 、 $r_0$ 、 $I_{i,x_0}$ 、 $\sigma_0$ 、 $H_0$ を与えておき、既知物質のパラメータがこれらのしきい値を超えるか否かによつて、未知物質中に含まれるか否かの判断を行い、

未知物質中に含まれる可能性のある候補物質の選定を、演算処理装置2に行わせることができる。さらに、これらのパラメータの中の一つ、例えばHを指定し、Hの値の大きな順にあらかじめ指定された値以下の個数の既知物質を候補物質として記憶しておき、すべての既知物質の照合が完了した後、Hの値の大きな順に候補物質名と各種パラメータの値を表示させることにより、未知物質に含まれる可能性の高い物質を選択する作業は著しく容易かつ短時間で処理が可能となる。

このように構成された本実施例によれば、未知物質の特性X線スペクトルを表わす文字列、索引となる文字列及び入力された索引を含む既知物質を検索照合の対象とするか否かを示す検索指示コードを入力装置1から入力すると、まず索引となる文字列が演算処理装置2において記憶装置3に記憶された既知物質の索引と照合され、検索指示コードに従つてこの既知物質のスペクトルの照合を行うか否かが判断される。照合すべきと判断された既知物質の特性X線スペクトルを表わす文字

列は未知物質の特性X線スペクトルを表わす文字列と照合され、既知物質の特性X線スペクトルを構成する各X線は、未知物質の特性X線に一致するものと、一致しないものとに分類される。そして、この分類の結果にもとづいて、未知物質と既知物質の一致度を判定するためのパラメータが計算され、既知物質名とともに出力される。索引を指定することによつて、検索すべき既知物質の範囲を未知物質と関連の高い範囲に限定できるので、検索に要する時間を短くすることができるとともに、検索の結果として出力された既知物質は未知物質に含まれる可能性の高いものとなる。

また、一致度を判定するためのパラメータに対してあらかじめしきい値を入力しておき、計算されたパラメータがこのしきい値以上の場合にのみ、既知物質を出力することによつて、表示結果を一致度の高い既知物質に限定することができる。

さらに、特定のパラメータを表示すべき既知物質の個数を指定し、このパラメータの値の大きなものから順に、指定された個数以内の既知物質名、

パラメータ及び索引を出力することによつて、一致度の高い既知物質の選択はさらに容易になる。

なお、上記実施例において、未知物質又は既知物質の特性X線スペクトルは、入力装置1を介して演算処理装置2に入力される前に、それらのスペクトルデータに変換処理されるものとして説明したが、本発明はこれに限られるものではなく、X線分析装置により検出された特性X線スペクトルを入力装置1に設けたインタフェース装置を介して演算処理装置2に取込み、ここにおいて所望のスペクトルデータに変換処理することも可能である。

#### 〔発明の効果〕

以上説明したように、本発明によれば、未知物質の特性X線スペクトルに対して既知物質の特性X線スペクトルとの一致度を定量的に評価することができるので、未知物質中に含まれる候補物質の推定が容易に行え、かつ一致度を評価するアルゴリズムが一定であるから再現性のよく安定した評価結果を得ることができるとともに、未知物質

を構成する元素数が増加しても迅速に候補物質を選定できるという効果がある。

#### 4. 図面の簡単な説明

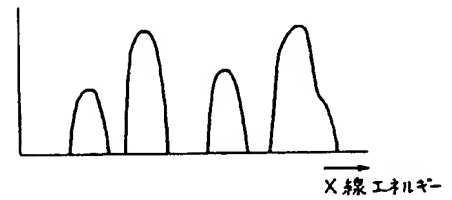
第1図は本発明の一実施例を示す装置構成図、第2図はX線分析装置にて得られる未知物質の特性X線スペクトルの一例図、第3図は未知物質の特性X線スペクトルを矩形で表わした一例図、第4図は矩形で表わした未知物質の特性X線スペクトルに重複処理を行つた後の一例図、第5図は既知物質の特性X線スペクトルを線スペクトルとして表わした一例図、第6図は未知物質の矩形スペクトルに既知物質の線スペクトルを重ねた図、第7図は索引により既知物質を選択するための手順を示すフローチャートである。

1…入力装置、2…演算処理装置、3…記憶装置、4…表示装置。

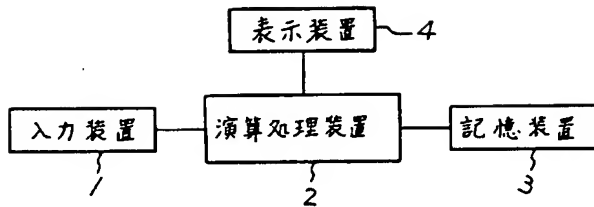
代理人 弁理士 小川勝男



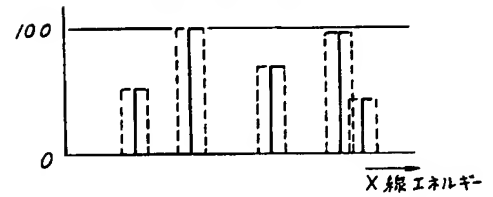
第 2 図



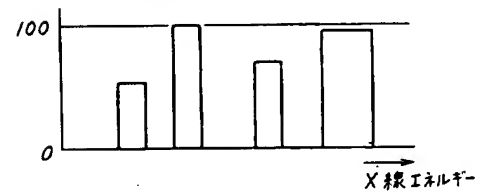
第 1 図



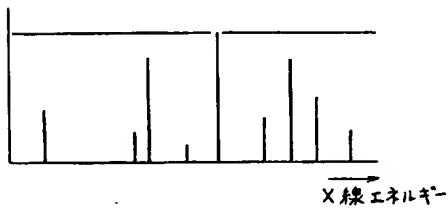
第 3 図



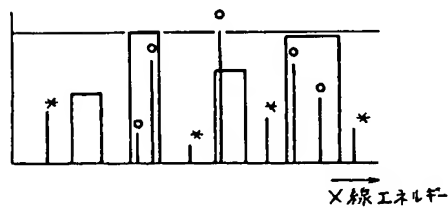
第 4 図



第 5 図



第 6 図



第 7 図

